

SU 311906

Document Identifier task started on Mon Aug 7, 2006 at 4:38 PM

Explored by Document Identifier in CAPLUS and MEDLINE.

CAPLUS Answers

1 for SU311906

MEDLINE Answers

1 for SU311906

2 references were found (0 duplicates removed)

Copyrights:

CAPLUS: Copyright © 2006 American Chemical Society. All Rights Reserved. (The UK patent material in this product/service is UK Crown copyright and is made available with permission. © Crown Copyright. The French (FR) patent material in this product/service is made available from Institut National de la Propriete Industrielle (INPI).)

MEDLINE: Produced by the U.S. National Library of Medicine

REGISTRY: Copyright © 2006 American Chemical Society. All Rights Reserved. (Some records contain information from GenBank(R). See also: Benson D.A., Karsch-Mizrachi I., Lipman D.J., Ostell J., Rapp B.A., Wheeler D.L. Genbank. Nucl. Acids Res. 28(1):15-18 (2000). Property values tagged with IC are from the ZIC/VINITI data file provided by InfoChem.)

CASREACT: Copyright © 2006 American Chemical Society. All Rights Reserved. (In addition to reactions indexed by CAS, CASREACT contains reactions derived from the following sources: ZIC/VINITI database (1974-1991) provided by InfoChem, INPI data prior to 1986, and Biotransformations database compiled under the direction of Professor Dr. Klaus Kieslich.)

CHEMLIST, CHEMCATS: Copyright © 2006 American Chemical Society. All Rights Reserved.

SU 311906**Bibliographic Information**

Cyclic α -cyanoketone oximes. Unkovskii, B. V.; Kopranenkov, V. N. (Lomonosov, M. V., Institute of Fine Chemical Technology, Moscow). U.S.S.R. (1971), CODEN: URXXAF SU 311906 19710819 Patent written in Russian. Application: SU 19700331. CAN 75:151421 AN 1971:551421 CAPLUS (Copyright (C) 2006 ACS on SciFinder (R))

Patent Family Information

<u>Patent No.</u>	<u>Kind</u>	<u>Date</u>	<u>Application No.</u>	<u>Date</u>
SU 311906		19710819	SU	19700331

Abstract

Cyclic α -cyano ketone oximes were prep'd. by treating 2-halo-1-nitroso-1-acetyl cycloalkanes with KCN in MeOH below 70°.

Союз Советских
Социалистических
Республик



Комитет по делам
изобретений и открытых
при Совете Министров
СССР

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

311906

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 31.III.1970 (№ 1419471/23-4)

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 19.VIII.1971. Бюллетень № 25

Дата опубликования описания 17.XI.1971

МПК С 07с 131/02
С 07с 81/04
С 07с 121/46

УДК 547.339.2(088.8)

Авторы
изобретения

Б. В. Унковский и В. Н. Копраненков

Заявитель

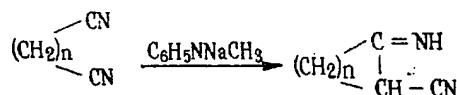
Московский институт тонкой химической технологии
имени М. В. Ломоносова

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ОКСИМОВ ЦИКЛИЧЕСКИХ α -ЦИАНКЕТОНОВ

1

Изобретение относится к способу получения оксимов циклических α -цианкетонов (1-изонитрозо-2-цианоцикланов), которые могут быть использованы для синтеза различных производных этих соединений (диаминов, кетокислот, аминокетонов, аминокислот и др.), обладающих биологической активностью.

В литературе описано получение иминов циклических α -цианкетонов циклизацией α , ω -динитрилов по следующей схеме:



Циклизацию динитрилов производят в течение нескольких десятков часов в присутствии 5-кратного количества натрийметиламина в среде чистого азота. При этом в ходе реакции необходимо поддерживать постоянную минимальную концентрацию α , ω -динитрила, в противном случае резко снижается выход конечного продукта за счет увеличения продуктов межмолекулярной конденсации.

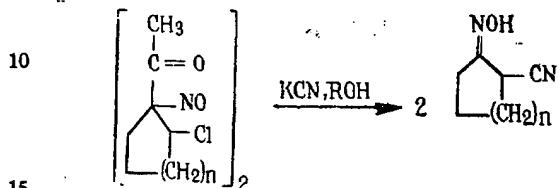
В литературе отсутствуют способы получения оксимов циклических α -цианкетонов.

Целью предлагаемого изобретения является разработка нового, простого способа получения оксимов циклических α -цианкетонов с высоким выходом.

2

Особенность предлагаемого способа заключается в том, что целевой продукт получают обработкой 2-галоген-1-нитрозо-1-ацетилциклонаов цианистым калием в спирте, например 5 в метаноле, желательно при нагревании до температуры не выше 70°C.

Процесс ведет по следующей схеме:



где $n = 0, 1, 2, 3$ и т. д.

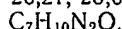
Найдено, что димерные 2-галоген-1-нитрозо-1-ацетилциклонаы под действием суспензии цианистого калия в метаноле при температуре 20 65—70°C превращаются в оксимы соответствующих α -цианциклонаов с выходом 60—70%. Получение этих соединений другими способами затруднительно или невозможно из-за отсутствия удобных методов синтеза α -цианциклонаов.

Пример 1. Оксим 2-цианциклогексанона. В круглодонную колбу с мешалкой и обратным холодильником загружают 1,4 г

(0,0037 моль) димера 2-хлор-1-нитрозо-1-ацетилциклогексана на 0,65 г (0,01 моль) цианистого калия и 15 мл метанола. Реакционную массу кипятят 6—8 час. После охлаждения выпавший осадок хлористого калия и непререагировавшего цианистого калия отфильтровывают. Раствор для очистки от исходного соединения пропускают через слой окиси алюминия и последнюю промывают 10—15 мл метанола. Метанол отгоняют, а кристаллический остаток перекристаллизовывают из смеси хлороформ-петролейный эфир. Получают 0,68 г (66,7%) оксима 2-цианциклогексанона с т. пл. 115—116°C (из смеси хлороформ — петролейный эфир).

ИК-спектр (в хлороформе): 3495, 3400, 1660 cm^{-1} .

Найдено, %: C 60,72, 60,97; H 7,60, 7,39; N 20,21, 20,09.



Вычислено, %: C 60,87; H 7,24; N 20,29.

Пример 2. Оксим 2-цианцикlopентанона.

По методике, описанной в примере 1, получают оксим 2-цианцикlopентанона путем рас-

щепления димерного 2-хлор-1-нитрозо-1-ацетилцикlopентана. При этом из 1,7 г (0,0048 моль) димера 2-хлор-1-нитрозо-1-ацетилцикlopентана получают 0,71 г (59,2%) оксима 2-цианцикlopентанона с т. пл. 126—127°C (из смеси хлороформ — петролейный эфир).

ИК-спектр (в хлороформе): 3500, 3410, 1685—1673 cm^{-1} .

Найдено, %: C 58,07; H 6,65; N 22,38, 22,83. Вычислено, %: C 58,06; H 6,45; N 22,58.

Предмет изобретения

1. Способ получения оксимов циклических α -цианкетонов, отличающийся тем, что 2-гологен-1-нитрозо-1-ацетилциклан обрабатывают цианистым калием в спирте, например метаноле, при нагревании с последующим выделением целевого продукта известными приемами.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что нагревание ведут до температуры не выше 70°C.

Составитель Е. Дембовская	Редактор Л. К. Ушакова	Техред Т. П. Курилко	Корректор Е. И. Усова
Заказ 3090/2	Изд. № 1280	Тираж 473	Подписанное

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5